DE

N° 476

L'HUILE D'OLIVE

ET DE SES

PRINCIPALES FALSIFICATIONS

SYNTHÈSE

PRÉSENTÉE A L'ÉCOLE SUPÉRIEURE DE PHARMACIE DE MONTPELLIER
le 15 janvier 1890

PAR

Jules LAUTIER
Né à Aix (Bouches-du-Rhône)

Pour obtenir le grade de Pharmacien de 1re classe

MONTPELLIER
IMPRIMERIE SERRE ET RICOME, RUE VIEILLE-INTENDANCE, 5
1890

École Supérieure de Pharmacie de Montpellier.

PROFESSEURS

MM. J.E. DIACON (I. P. ✿), DIRECTEUR. — *Chimie générale.*

F. JEANJEAN (I. P. ✿)..... — *Chimie analytique et Toxicologie.*

L. SOUBEIRAN ✠✠✠✠..... — *Pharmacie.*

L. COURCHET (A. ✿)..... — *Histoire naturelle des médicaments. Botanique.*

N..... — *Physique.*

COURS COMPLÉMENTAIRES ET AUXILIAIRES

MM. COURCHET, professeur..... *Organographie.*

MASSOL, chargé du cours..... *Physique.*

GAY, agrégé, chargé du cours .. *Matière médicale.*

ASTRE, chargé du cours..... *Chimie minérale.*

GAY, agrégé..... *Pharmacie galénique.*

IMBERT, chargé du cours..... *Minéralogie et Hydrologie.*

AGRÉGÉS

G. MASSOL (A. ✿).

F. GAY. (A. ✿).

C. ASTRE, chargé des fonctions.

Secrétaire : H. GOT (I. P. ✿).

Secrétaire honoraire: F.-J. BLAISE (I. P. ✿).

NOTA.— L'Ecole de pharmacie n'accepte la responsabilité d'aucune des opinions émises par les candidats, dans les Thèses ou Synthèses qui lui sont présentées.

A MES PARENTS

A MES AMIS

J. LAUTIER

A Monsieur de NOZEILLE

Pharmacien en Chef de la Marine
Officier de la Légion d'honneur
Professeur de chimie à l'École de médecine navale de Toulon

A Monsieur SAUVAIRE

Pharmacien principal de la Marine
Chevalier de la Légion d'honneur
Professeur de physique à l'École de médecine navale de Toulon

J. LAUTIER.

INTRODUCTION

La fraude commerciale, s'enrichissant des progrès de la chimie, a atteint, aujourd'hui, un tel degré de perfection, qu'il est souvent impossible aux courtiers les plus expérimentés de reconnaître, par l'emploi des moyens organoleptiques, la pureté des marchandises.

Le chimiste doit donc leur venir en aide et, se servant des ressources de la science, dévoiler toutes les falsifications devenues à notre époque un véritable danger pour l'hygiène publique.

Attaché, pendant trois ans, au laboratoire des analyses de la Marine, sous la bienveillante direction de M. Sauvaire, nous avons pu examiner de près les falsifications que l'on fait subir à l'huile d'olive et les nombreuses difficultés auxquelles on se heurte en voulant les constater.

En cette matière, comme en beaucoup d'autres, les réactions abondent; mais peu donnent des résultats satisfaisants; aussi peut-on dire que leur grand nombre est une conséquence de leur manque d'efficacité.

Nous avons pensé être utile en résumant, dans ce modeste travail, les réactions que de nombreuses expériences personnelles nous ont montrées comme pouvant offrir des données sûres.

Nous diviserons cette étude en trois parties:

Dans la première partie, nous étudierons les caractères de l'huile d'olive pure;

Les réactions générales permettant de constater les mélanges de l'huile d'olive avec les huiles de graines feront l'objet de la deuxième partie ;

Enfin, dans un dernier chapitre, nous examinerons les caractères particuliers des principales huiles servant à la falsification de l'huile d'olive.

Avant d'aborder notre sujet, nous nous faisons un devoir de remercier, ici, M. de Nozeille, pharmacien en chef, et M. Sauvaire, pharmacien principal de la Marine, de la complaisance avec laquelle ils nous ont toujours aidé de leurs conseils.

Que Messieurs les Professeurs de l'Ecole supérieure de pharmacie nous permettent aussi de leur exprimer toute notre gratitude pour la bienveillance qu'ils n'ont jamais cessé de nous témoigner pendant le cours de nos examens.

Nous les prions de ne voir en nous qu'un candidat animé du désir de bien faire et nous demandons toute leur indulgence pour les lacunes que pourra contenir ce travail.

DE L'HUILE D'OLIVE

ET DE SES PRINCIPALES FALSIFICATIONS

PREMIÈRE PARTIE

L'huile d'olive.

L'huile d'olive s'extrait du fruit de l'olivier *(Olea europœa*, Oléinées) cultivé surtout dans les régions que baigne la Méditerranée, le midi de la France, l'Espagne, la Grèce, l'Italie et la côte d'Afrique.

Cette huile pure est très fluide, onctueuse, transparente, généralement jaune-verdâtre ou jaune pâle, d'une saveur douce et agréable ; elle commence à se congeler à quelques degrés au-dessus de zéro. C'est une des moins altérables, quoique susceptible cependant de rancir et d'acquérir par là une odeur forte et une saveur désagréable.

Dans le commerce, l'on distingue plusieurs variétés d'huile d'olive qui diffèrent selon leur mode d'extraction.

1° *L'huile vierge*, *surfine* ou *de première expression* s'obtient en broyant les olives sans écraser les noyaux. Extraite

à froid, elle a une odeur et une saveur agréables, une teinte verdâtre et elle rancit difficilement;

2° *L'huile ordinaire* ou *de deuxième expression* est obtenue en soumettant à une nouvelle pression la pulpe imprégnée d'eau bouillante, dont on a déjà extrait l'huile vierge. D'une couleur jaune, elle a un goût moins agréable que la première et rancit plus rapidement;

3° *L'huile d'enfer* ou *lampante* est une huile de qualité secondaire, non comestible, retirée des eaux grasses du traitement précédent; clarifiée par le repos et recueillie dans des réservoirs inférieurs, ou *enfers*, d'où lui vient son nom, elle est utilisée pour l'éclairage, le graissage des machines et la fabrication des savons;

4° *L'huile tournante* ou *fermentée* obtenue des olives fermentées; elle est verdâtre, mucilagineuse et possède une saveur forte, désagréable. Elle devient acide avec le temps : de là le nom de tournante. On l'emploie au lavage des laines et à la teinture du coton en rouge d'Andrinople;

5° *L'huile de ressence* est extraite du marc, par le lavage; elle est verte, très épaisse, exhale une odeur prononcée et ne sert qu'à la fabrication des savons;

6° *L'huile raffinée* se fabrique à Naples, et résulte de l'épuration au four des fonds d'huiles d'olive. Elle est grisâtre, pâteuse et siccative.

Outre ces variétés bien définies, les qualités de l'huile d'olive varient encore suivant sa provenance et les soins que l'on apporte à son extraction; elle prend généralement alors le nom de son origine. Dans certaines régions, les olives ne sont envoyées au moulin que parfaitement mûres et même légèrement fermentées; ailleurs, les olives sont

cueillies avant leur entière maturité. Tantôt elles sont abattues au moyen de longues gaules, tantôt on prend la peine de les cueillir à la main. L'huile d'Aix, renommée à si juste titre, doit, dit-on, ses qualités aux soins que l'on apporte à la cueillette des olives et à l'empressement que l'on met à les triturer avant toute fermentation.

DOSAGE DES ACIDES GRAS

En dehors des moyens organoleptiques que nous venons de citer, une des meilleures méthodes pour reconnaître la qualité de l'huile d'olive est de doser les acides gras libres.

Ce dosage offre de l'intérêt à plusieurs titres.

Il permet:

1° De fixer le degré de rancidité des huiles comestibles et de répondre, en dehors de l'appréciation du goût, par des chiffres sur leur différence de qualité ;

2° De reconnaître les défauts des huiles d'éclairage se rattachant à la présence des acides gras, qui modifient d'une manière si désavantageuse leur pouvoir éclairant;

3° De rejeter les huiles destinées au graissage des appareils et des machines à vapeur, quand leur acidité dépasse certaines limites. Car il est parfaitement reconnu, aujourd'hui, que les acides gras diminuent leur pouvoir lubréfiant et présentent le grave inconvénient d'attaquer et d'user les parties métalliques frottantes ; que les huiles riches en acides libres introduites dans les chaudières, en même temps que l'eau, y occasionnent des dépôts bien plus considérables que celles dont l'acidité est presque nulle. C'est ainsi que des essais faits au laboratoire de la Marine avec une

huile ordinaire et une huile désacidifiée ont donné les résultats suivants :

144 kilogr. d'huile ont donné :

	Huile ordinaire	Huile neutre
Résidus	74 kilogr. 400	28 kilogr. 600
Proportion $\frac{R \text{ résidu}}{P \text{ poids de l'huile}}$ =	0 — 51	0 — 19
Poids d'oxyde de fer dans les résidus	35 — 672	1 — 827
Acides gras	32 — 377	22 — 136

Ce tableau montre la supériorité de l'huile neutre au point de vue de l'usure des pièces. Comme dans le commerce il est très difficile de trouver des huiles de deuxième qualité qui ne soient pas plus ou moins acides, la Marine a fixé une tolérance de 5 p. 100 d'acidité pour celles qui doivent lui être fournies.

Dans ces derniers temps, on est arrivé, dans l'industrie, à débarrasser presque complètement les huiles des acides gras libres qu'elles contiennent et à utiliser, pour le graissage, des huiles que leur degré d'acidité trop élevé aurait toujours fait refuser.

L'expérience suivante montre les résultats obtenus par ce procédé.

Une huile d'olive de densité normale et renfermant 25,09 p. 100 d'acides gras libres fut mélangée avec une huile d'arachide d'une densité supérieure de deux degrés à la densité normale et renfermant 0,971 p. 100 d'acides gras libres. Ce mélange, après neutralisation, possédait une densité un peu inférieure à la densité de l'huile d'olive pure, mais ne renfermait plus que 0,377 p. 100 d'acides gras libres.

Cette neutralisation des huiles n'est guère à la portée que des grands industriels joignant la fabrication des savons à

leur commerce d'huiles. En effet, pour faire disparaître l'excès d'acidité, ils traitent, croyons-nous, ces huiles par le carbonate de soude en solution très étendue, qui, saturant les acides gras, permet de les utiliser dans la fabrication des savons ; ils tiennent, on le comprend, leur procédé secret. Nos expériences nous ont démontré que l'on pouvait, par le carbonate de soude, diminuer considérablement l'acidité des huiles ; mais une grande partie de l'huile était perdue par la saponification et l'émulsion qui se produisaient et nous ne pouvions obtenir environ que 75 p. 100 de l'huile employée. Nous croyons qu'en opérant sur des grandes quantités et en utilisant le savon obtenu, on peut arriver à des résultats avantageux.

Un des procédés de dosage les plus anciens, qui est encore assez suivi, malgré son imperfection, repose sur les données classiques de l'acidimétrie ; il est dû à Burstym, chimiste de l'arsenal de Pola. A 100 centimètres cubes de l'huile à essayer, on ajoute un volume égal d'alcool à 90° et on agite fortement, puis on laisse reposer quelques heures ; il s'est alors formé deux couches : l'une d'huile parfaitement exempte d'acides ; l'autre, d'alcool contenant les acides gras et une très petite quantité d'huile. On prélève alors 20 centimètres cubes de la solution alcoolique acide, et on détermine la quantité d'acide au moyen d'une solution titrée de soude. Lorsqu'il y a plusieurs acides en présence, on est obligé de faire le calcul comme s'il n'y en avait qu'un, en se servant de l'équivalent de celui qui est en plus forte proportion (c'est toujours l'acide oléique qui domine dans de telles proportions qu'on peut le considérer comme étant seul).

Cette manière d'opérer donne des résultats inexacts ; car l'huile séparée de l'alcool n'est pas parfaitement exempte d'acides gras libres, ce qui serait, dans ce cas, tout à fait

contraire aux lois qui président au partage d'un corps entre ses dissolvants.

L'huile et l'alcool sont deux liquides dont le pouvoir dissolvant sur l'acide oléique est presque indéfini. Cet acide, comme nous l'avons déjà dit, est le principal acide gras, sinon le seul qui doit nous occuper ici.

Un corps qui se dissout séparément dans deux liquides ne se dissout jamais en totalité dans l'un d'eux, à l'exclusion de l'autre, quand on fait agir simultanément les deux dissolvants.

Donc, l'huile et l'alcool ne pouvant rester finalement mélangés, il s'agissait de suivre le partage de l'acide gras entre ces deux dissolvants. C'est ce qu'a fait M. Carpentin, pharmacien en chef de la marine.

L'huile d'olive complètement neutre est additionnée de 12 parties d'acide oléique et mise en contact, par une agitation forte et prolongée, avec de l'alcool à 90° à une température de 12 degrés.

Lorsque les deux liquides, abandonnés au repos, forment deux couches distinctes, on prélève sur chacun d'eux une même unité de volume, dont on dose séparément l'acide oléique.

Il est possible de saisir la relation de solubilité de l'acide gras entre ses deux dissolvants; c'est ce que montre le tableau suivant:

MÉLANGE			ACIDES GRAS			
Expérience	d'huile	d'alcool	Retenu par 100 cc. d'huile	Pris par 100 cc. d'alcool	Pris par tout l'alcool employé	Contenu dans l'ensemble des 2 dissolvants
	c. c.	c. c.				
1	100	100	8	4	4	12
2	100	200	6	3 ×2	=6	12
3	100	300	4,8	2,4 ×3	=7,2	12
4	100	400	4	2 ×4	=8	12
5	100	600	3	1,50×6	=9	12

On voit, par la troisième colonne, que la quantité d'acide gras qui est retenue par l'huile est d'autant moindre que la proportion d'alcool employée est plus grande ; ceci n'a rien d'extraordinaire.

Mais il y a lieu de remarquer que, dans toutes les expériences, la quantité d'acide oléique retenue par l'huile offre un même rapport avec la quantité d'acide enlevée par un volume d'alcool semblable à celui de l'huile ; d'où on peut tirer ce rapport = 2 : 1.

C'est ce rapport qu'on désigne sous le nom de coefficient de partage. Ce coefficient est 2 ou du moins bien voisin de ce nombre entier pour les huiles examinées à la température ordinaire et d'une acidité moyenne allant de 3 à 12 p. 100.

Comme application pratique pour le dosage acidimétrique d'une huile, on peut rechercher la quantité d'acides gras contenue dans une unité de volume de l'alcool qu'on aura agité avec cette huile, et multiplier la quantité trouvée par le volume total de l'alcool et le volume double de l'huile.

Par exemple : dans l'expérience N° 4, 100 c. c. de l'alcool employé accusent 2 grammes d'acide oléique au titrage ;

comme on a employé 400 c. c., il y a lieu de multiplier 2 par 4, soit 8 gr. d'acide oléique; d'autre part, il faut ajouter 4 gr. de cet acide, qui se trouvent retenus par l'huile, puisque le coefficient de partage 2 indique qu'il y en a deux fois plus que dans les 100 c. c. d'alcool qui ont servi au titrage initial, donc au total on inscrira 12.

La méthode de dosage de Burstym, avec les corrections que nous venons d'indiquer, peut offrir des avantages dans certaines recherches; néanmoins, nous pensons qu'il est plus facile, plus expéditif, plus régulier de doser l'acide directement sur le mélange de l'huile et de l'alcool.

Par une première agitation, l'alcool se charge d'une partie de l'acide gras de l'huile, suivant un rapport défini par le volume relatif des deux liquides et la loi de partage que nous venons de faire connaître. Une liqueur, titrée de soude, venant à saturer cet acide pour former un oléate de soude, soluble aussi dans l'alcool, ce véhicule devient de nouveau apte à prendre à l'huile une nouvelle portion de l'acide qu'elle a retenu, dès l'instant qu'on renouvelle l'agitation pour activer l'opération.

L'effet de cet intermédiaire qui se débarrasse de l'acide gras qu'il a pris en faveur de la soude, et revivifie son pouvoir dissolvant, fait que l'acidité de l'huile décroît suivant une progression géométrique et qu'on arrive vite à son épuisement, lequel, du reste, se constate aisément par la persistance d'un réactif coloré : à signaler la réaction alcaline due à un léger excès de soude.

La teinture de tournesol a été employée comme témoin pour fixer le terme de la saturation. Mais depuis longtemps, on a reconnu les inconvénients de ce réactif dans ce genre d'essai, par suite de l'insolubilité de la matière colorante dans l'alcool et de la coloration jaune de l'huile qui, mêlée au bleu de tournesol, sous l'influence de la soude, donne

une teinte verdâtre qui masque le point de saturation exact. Aussi lui a-t-on substitué la teinture de curcuma qui, sous l'influence de la plus petite quantité d'acide gras, prend une coloration jaune-serin qu'une trace d'alcali en excès fait passer instantanément au rouge.

Voici, d'ailleurs, le procédé opératoire, tel qu'il a été indiqué par M. Carpentin et qu'il est suivi dans les laboratoires de la Marine:

On prend un petit ballon plat ou une fiole à médecine de 250 c. c. On mesure 50 c. c. d'huile et 100 c. c. d'alcool à 90° et on ajoute 3 ou 4 gouttes de teinture de curcuma. La fiole est bouchée et agitée violemment.

On porte ensuite la fiole sous une burette de Mohr, contenant une liqueur de soude à 40 gr. d'hydrate sodique pur et fondu par titre d'eau.

Comme 40 gr. de soude saturent 282 gr. d'acide oléique, 1 c. c. de la liqueur contenant 0,04 de soude correspond à 0,282 d'acide oléique (s'il s'agissait d'un autre acide gras à doser, on prendrait le nombre proportionnel de cet autre acide).

On fait couler peu à peu la liqueur sodique dans la fiole, qu'on agite, quand une coloration rouge apparaît, on bouche et l'on agite d'une manière prolongée ; la teinte jaune-serin se rétablit alors, parce que l'alcool a puisé dans l'huile une nouvelle quantité d'acide.

On continue ces manœuvres jusqu'à ce que la teinte rouge soit persistante. On peut recommencer pour plus de précision, et arriver juste à la goutte qui marque la saturation (on pourrait aussi faire usage d'une liqueur de retour formée de 2 gr. 82 d'acide oléique par 100 c. c. d'alcool).

Il reste à relever le nombre de centimètres cubes et de fraction de centimètres cubes de la liqueur alcaline qu'on a employée et à le multiplier par 0,282. On a ainsi la quan-

tité d'acide oléique contenue dans l'huile essayée, qu'il suffit de multiplier par 2 pour avoir la proportion pour 100.

Il arrive souvent que, dans les laboratoires, au lieu d'une solution de soude préparée comme celle dont nous venons de parler, on se sert d'une solution faite approximativement et titrée au moyen de la solution d'acide sulfurique normal. La quantité d'acide est alors donnée par la proportion

$$\frac{N}{5,64} = \frac{2\ n}{x}$$

dans laquelle N indique la quantité de la solution de soude nécessaire pour saturer 10 c. c. de la solution d'acide sulfurique ; 5,64 le double du poids moléculaire de l'acide oléique; n le nombre de divisions de soude trouvé en opérant sur 50 c. c. d'huile ; x la quantité cherchée pour 100.

Il n'y a point à craindre qu'une partie de la soude serve à saponifier l'huile dans cette opération, faite à froid dans un milieu alcoolique, qui dissout moins d'un millième d'huile. En opérant sur une huile vierge neutre ou sur une huile neutralisée artificiellement, on constate qu'à la première goutte de la liqueur alcaline le curcuma rougit.

Dans de nombreux essais faits pour établir la supériorité de ce procédé sur celui de Burstym, il nous a toujours été facile de retrouver les quantités d'acide oléique que nous avions ajoutées, à dessein, à des huiles neutres.

Dans un de ces essais, nous avons pesé 5,93 d'acide oléique impur, correspondant à 5 gr. d'acide pur; nous avons ajouté de l'huile d'amandes douces récemment préparée et complètement neutre, de façon à compléter 100 c. c.

La moitié de ces 100 c. c., après une vive agitation, a été

traitée par le procédé Carpentin. Il a fallu 66 divisions de la burette de Mohr, pleine de soude caustique, pour saturer les 50 c. c. d'huile.

$$\text{Donc } \frac{\frac{148 \text{ (titre normal de la soude)}}{5,64}}{} = \frac{66}{x}$$

d'où $x = 2,50$ pour 50 c. c. $=$ 5 p. 100.

DEUXIÈME PARTIE

Réactions générales permettant de constater la présence des huiles de graines

Ces procédés comprennent les moyens physiques et les moyens chimiques.

MOYENS PHYSIQUES

Densité.— Toutes les huiles n'ont pas le même poids sous le même volume, pour une même température ; elles se distinguent donc les unes des autres par leur densité, toujours plus faible que celle de l'eau. Mais les chiffres qui représentent cette propriété physique sont quelquefois tellement rapprochés les uns des autres, que la confusion devient possibles entre elles, surtout si l'on remarque que toutes ces huiles n'ont pas un même coefficient de dilatation; il en résulte qu'une huile plus dense qu'une autre, à +15° par exemple, deviendra plus légère pour une température plus élevée. Pour évaluer ces densités, on a imaginé des aréomètres spéciaux, dits oléomètres, dont un des principaux et des plus usités est celui de M. Lefebvre. Cet oléomètre, qu'on appelle encore oléomètre à froid, a la forme d'un aréomètre ordinaire, seulement le réservoir cylindrique est très grand et la tige très longue. Celle-ci porte une échelle graduée, partant du degré 9000, qui est marqué seulement 00, le premier et le dernier chiffre étant sous-entendus, à

cause de la difficulté de les écrire sur l'échelle, et se terminant au degré 9400 marqué 40; donc 9000 et 9400 sont les limites entre lesquelles sont renfermées les densités des diverses huiles commerciales, comparées à + 15° à celle de l'eau distillée prise pour unité et représentée par 10000 à la gauche de l'échelle; en face de la densité se trouvent le nom des huiles, plus une couleur à peu près semblable à celle que prend chaque espèce sous l'influence de l'acide sulfurique concentré.

Les lectures devraient être faites à + 15°; mais, lorsqu'on opère avec l'oléomètre à une température supérieure à + 15°, la différence, dans la densité, est de 0 gr. 001 en plus ou en moins pour 1°5 au-dessous ou au-dessus de 15°: Pour éviter ces corrections, M. Lefebvre a dressé des tables qui donnent le poids de l'hectolitre des différentes huiles,

Nous donnons, ci-dessous, le tableau des densités, aux différentes températures, des huiles les plus employées à la falsification de l'huile d'olive.

Tableau donnant le poids des huiles à l'hectolitre à toute température

Temp.	Olive	Arachide	Sésame	Œillette	Coton
30	90,70	90,70	91,30	91,53	92,06
29	90,77	90,77	91,37	91,60	92,13
28	90,84	90,84	91,44	91,67	92,20
27	90,90	90,90	91,50	91,73	92,26
26	90,97	90,97	91,57	91,80	92,33
25	91,04	91,04	91,64	91,87	92,40
24	91,10	91,10	91,70	91,93	92,46
23	91,17	91,17	91,77	92,00	92,53
22	91,24	91,24	91,84	92,07	92,60

Temp.	Olive	Arachide	Sésame	Œillette	Coton
21	91,30	91,30	91,90	92,13	92,66
20	91,37	91,37	91,97	92.20	92,73
19	91,44	91,44	92,04	92.27	92,80
18	91,50	91,50	92,10	92,33	92,86
17	91,57	91,57	92,17	92,40	92,93
16	91,64	91,64	92,24	92,47	93,00
15	91,70	91,70	92,30	92,53	93,06
14	91,77	91,77	92,37	92,60	93,13
13	91,84	91,84	92,44	92,67	93,20
12	91,90	91,90	92,50	92,73	93,26
11	91,97	91,97	92,57	92,80	93,33
10	92,04	92,04	92,64	92,87	93,40
9	92,10	92,10	92,70	92,93	93,46
8	92,17	92,17	92,77	93,00	93,53
7	92,24	92,24	92,84	93,07	93,60
6	92,30	92,30	92,90	93,13	93,66
5			92,97	93,20	93,73
4			93,04	93,27	93,80
3			93,10	93,33	93,86
2			93,17	93,40	93,93
1			93,24	93,47	94,00
0			93,30	93,53	94,06
1				93,60	
2				93,67	
3				93,73	
4				93,80	

Il faut remarquer que la plupart des huiles réunies ne peuvent demeurer mélangées que fort peu de temps; car, lorsque ces liquides sont laissés en repos, l'huile la plus dense gagne ordinairement la partie inférieure. En prélevant l'échantillon sur lequel on doit prendre la densité, il faut

avoir soin d'agiter le récipient, de façon à opérer de nouveau un mélange parfait.

Les densités de Lefebvre s'appliquent à des huiles récemment obtenues et qu'il avait extraites lui-même, afin de les avoir dans un grand état de pureté. Lorsque ces huiles vieillissent, leur densité augmente toujours sensiblement, mais l'augmentation ne porte que sur les deux dernières décimales. L'oléomètre de Lefebvre, qui sert à constater les mélanges, est impuissant, lorsqu'il décèle une fraude, à faire connaître la nature de l'huile ajoutée.

En admettant même que l'oléomètre indique la densité exacte de l'huile d'olive, on ne peut pas être assuré de la pureté du produit. En effet, comme on l'a vu dans le tableau précédent, l'huile d'arachide a exactement la même densité que l'huile d'olive. De plus, l'huile de coton, dont la densité est sensiblement différente, a pourtant pu être ramenée par les différentes manipulations qu'on lui fait subir pour diminuer son point de congélation, à une densité très voisine de celle de l'huile d'olive. Enfin, nous avons déjà vu que la densité des huiles diminue aussi par le traitement auquel on les soumet pour les désacidifier. Par conséquent, dans le cas où l'on trouverait la densité de l'huile d'olive, on n'en devra pas moins passer aux réactions chimiques qui, seules, permettent de caractériser les huiles de graines.

M. Pinchon a fait construire un aréomètre thermique à thermomètre intérieur. Cet aréomètre est gradué de telle sorte que, plongé dans une huile d'olive pure à une température quelconque, les indications du thermomètre et celle de la tige sont toujours concordantes, c'est-à-dire que, lorsque le thermomètre indique une température de 12°, la tige affleure à la graduation 12.

Cet accord entre les deux lectures subsiste à toutes les températures, lorsque l'huile d'olive est pure. Mais, lorsque

l'huile d'olive est mélangée avec des huiles étrangères, la concordance ne subsiste plus et l'écart est d'autant plus grand que la proportion d'huiles étrangères est plus forte.

Lorsque les huiles ainsi ajoutées ont une densité notablement différente de celle de l'huile d'olive, l'écart se produit même alors que les quantités frauduleusement ajoutées sont relativement peu considérables. Mais, lorsque l'huile d'olive est fraudée par les huiles dont la densité est peu différente de la sienne propre, l'écart entre les lectures simultanées de la tige thermométrique et de la tige aréométrique est si peu notable qu'il peut rester un doute sur la pureté de l'huile essayée, alors même que l'addition frauduleuse est considérable,

C'est ainsi que cet instrument n'a pas décelé, d'une manière nette, la présence de 25 p. 100 d'huile de colza ou d'arachide ; que pour cette dernière huile, il a fallu dépasser la proportion de 33 p. 100.

L'aréomètre Pinchon donne donc, dans certains cas, des résultats sûrs ; mais, dans d'autres, il est absolument impuissant à déceler la fraude.

Cet aréomètre n'a aucun avantage sur le précédent, et, même, il ne permet pas de juger aussi facilement, par la différence de densité, à quel mélange on peut avoir affaire. Comme pour le précédent, l'on doit donc recourir à d'autres procédés.

Chaleur.— L'on a aussi utilisé, pour déterminer les falsifications de l'huile d'olive, la différence de l'élévation de température par l'action de l'acide sulfurique sur les diverses huiles.

Dans un verre rigoureusement taré, on pèse d'abord 20 gr. d'acide sulfurique à 66°. On verse sur cet acide 20 gr. de l'huile à essayer. On a soin de faire couler cette huile

sur les parois du verre pour qu'elle descende doucement à la surface de l'acide sans y développer de chaleur. On place au milieu de l'huile la boule très petite d'un thermomètre sensible, à degrés bien espacés et marquant au moins jusqu'à 120°. Ce thermomètre est suspendu à une potence. Après 4 à 5 minutes d'immersion, la température indiquée par le thermomètre est devenue fixe. On prend note de cette température ; puis, avec une baguette, on agite vivement l'huile avec l'acide, puis plus lentement. On regarde attentivement le thermomètre, qui monte rapidement au maximum d'élévation que peut produire l'acide sur l'huile. Il faut 2 à 3 minutes pour que le thermomètre manifeste cette élévation de température. Nous croyons utile de dessécher, au préalable, l'huile à 100° ou dans le vide.

Élévation de la température par le mélange avec l'acide sulfurique

	monohydraté D = 1,844	du commerce D = 1,836
Olive verte	55,50	38,50
Olive de Naples	59	39,50
Arachide	62	43
Sésame	66	51,50
Pavot	85,50	79,50
Coton	69,50	64

Ce procédé, très en usage, ne nous a pas toujours donné des résultats très satisfaisants, ce qui peut tenir à de très légères différences dans le degré de concentration de l'acide. L'on a pu juger, dans le tableau précédent, de quelle importance est la concentration de l'acide sulfurique.

Pour obtenir des résultats comparables, il faut donc avoir soin de n'opérer que dans des conditions absolument identiques.

PROCÉDÉS CHIMIQUES

Le moyen d'essai le plus usité et le seul qui nous ait toujours donné des résultats constants est celui qui a été donné par Poutet, en 1819. Il consiste à solidifier l'huile d'olive à l'aide d'une solution mercurielle, préparée comme il suit : on laisse réagir, *à froid*, dans un flacon, 6 gr. de mercure et 7,5 gr. d'acide azotique à 38°. Quand la dissolution est terminée, elle contient des nitrates mercureux et mercurique, de l'acide nitrique, de l'hyponitrique et peut-être du nitrite mercuriel.

Pour procéder à l'essai de l'huile, on pèse successivement, dans un flacon, 8 gr. de réactif Poutet et 96 gr. d'huile d'olive ; on agite violemment le tout, de 10 en 10 minutes, pendant 2 heures, puis on l'abandonne au repos dans un lieu frais, à la cave par exemple ; 24 heures après, on observe la consistance de la matière.

On peut apprécier la dureté que le réactif Poutet donne à l'huile, par le son qu'elle rend lorsqu'on frappe, avec une tige de verre, la surface solidifiée : l'huile pure est ferme et sonore ; l'huile moins pure est assez ferme ; l'huile contenant $^1/_{20}$ d'huile d'œillette ou d'huile de graines prend une consistance variable entre celle du suif et celle de l'axonge ; l'huile au $^1/_{10}$ a la consistance de l'huile figée.

L'inconvénient de ce moyen d'essai est d'exiger que la dissolution mercurielle soit récemment préparée ; faute d'observer cette précaution, la constitution du réactif change, sans même qu'il y ait cristallisation ; dès lors, les résultats qu'il donne sont incertains.

Ce procédé, tel que nous venons de l'indiquer, est celui

qui nous a toujours donné les meilleurs résultats, et, toutes les fois où nous avons obtenu une masse pâteuse, il nous a toujours été facile de déterminer, par les réactions particulières de chacune des huiles de graines, la présence d'une de ces huiles.

Depuis quelque temps, l'on substitue au procédé Poutet, auquel on reproche de demander un temps trop considérable, la réaction suivante. L'on pèse exactement, dans un verre à essai, 10 gr. de l'huile à essayer, 5 gr. d'acide azotique à 40 ou 42° Baumé et 1 gr. de mercure.

L'on n'ajoute le mercure qu'après les pesées de l'acide et de l'huile, afin d'éviter tout dégagement de gaz nitreux.

Quand le mercure est entièrement dissous, on agite vigoureusement pendant 3 minutes, on laisse en repos. Après 20 minutes, on fait une nouvelle agitation pendant une minute. Si l'on a affaire à de l'huile d'olive, elle se prend en une masse qui se détache facilement du verre, une heure après la dernière agitation.

L'huile d'arachide se solidifie au bout d'une heure et demie, celle de coton deux heures et demie, le sésame au bout de trois heures et enfin l'œillette pas du tout.

On voit que la différence qui existe dans la durée de solidification de ces diverses huiles n'est pas suffisante pour donner au procédé une sensibilité aussi grande que celle du réactif Poutet, surtout lorsqu'on a affaire à un mélange.

Nous terminerons ces réactions générales en indiquant le procédé donné par M. Brulé. On ajoute, dans un tube à essai, 0 gr. 1 environ d'albumine en poudre, 2 c.c. d'acide nitrique et 10 c. c. environ de l'huile à essayer. On chauffe doucement avec une lampe à alcool, de manière que l'acide et l'huile soient sensiblement à la même température. L'acide commence à bouillir, on incline alors un peu le tube sur la flamme de la lampe, de façon que l'ébullition mélange

l'huile et l'albumine, ce qui se reconnaît à un va-et-vient des bulles et des particules d'albumine qui continuent à se dissoudre. Si l'on a affaire à de l'huile d'olive pure, la teinte du mélange est jaune, légèrement verdâtre. Si l'huile est mélangée à 5 p. 100 d'huile de graines, la teinte est franchement jaune d'ambre.

A mesure que la proportion d'huile étrangère augmente, la teinte se fonce de plus en plus, jusqu'à la couleur orange foncé, qui se produit sur un mélange à 50 p. 100.

L'acide nitrique, seul, donne des colorations qui se rapprochent des précédentes, mais seulement sur les huiles colorées; il est sans effet sur les mélanges où se trouvent de l'huile d'œillette ou d'arachide, qui sont presque incolores.

Nous avons essayé ce procédé sur des mélanges d'huile d'olive avec les huiles de coton, d'arachide, de sésame, d'œillette, de colza, de cameline, de lin, de diverses provenances. Les résultats ont toujours été d'une grande exactitude.

On a pourtant trouvé une exception dans l'huile connue dans le commerce sous le nom d'aveline exotique, qui a donné une teinte rose avec des taches blanchâtres.

Nous ne passerons pas en revue les procédés généraux reposant sur les différentes colorations que prennent les huiles sous l'influence de certains réactifs. Ces réactions, très bonnes lorsqu'on a affaire à des huiles pures ou à celles dont le mélange a été fait dans des proportions assez considérables, deviennent tout à fait insuffisantes lorsqu'il s'agit d'en rechercher des quantités assez faibles.

TROISIÈME PARTIE

Caractères des principales huiles servant à la falsification de l'huile d'olive

Dans le commerce, aujourd'hui, l'huile d'olive n'est plus guère falsifiée que par les huiles d'arachide, de sésame et de coton. C'est pour cela que dans cette troisième partie, nous nous appesantirons surtout sur les caractères de ces huiles, en insistant tout particulièrement sur les réactions qui permettent de les différencier en présence de l'huile d'olive.

Nous dirons, en outre, quelques mots sur d'autres huiles, peu employées actuellement, mais qui, jadis, rentraient très fréquemment dans la falsification de l'huile d'olive.

HUILE D'ARACHIDE

L'arachide (*Arachis hypogœa* Légumineuse), est une plante indigène de l'Amérique, de l'Inde et des côtes sud de l'Afrique; elle est cultivée aussi dans le nord de l'Afrique. Les semences de cette plante renferment une huile grasse : *huile d'arachide, huile de pistache de terre*, que l'on peut en extraire par la pression. L'huile, faite à froid, est à peu près incolore, d'une odeur agréable, d'une saveur rappelant celle des haricots verts ; elle peut être employée aux usages culinaires à la place de l'huile d'olive, bien qu'elle rancisse

plus rapidement que cette dernière. L'huile, faite à chaud, présente, au contraire, une odeur ainsi qu'une saveur désagréables et elle est colorée. La densité de l'huile faite à froid est de 0,917 à 15°. Cette huile se congèle à — 3°. Exposée pendant quelque temps à + 3°, elle laisse déposer une matière grasse, solide, qui paraît identique à la stéarine. L'huile d'arachide se dissout dificilement dans l'alcool, beaucoup mieux dans l'éther et les huiles essentielles. Elle est saponifiée par la lessive de soude et donne alors un savon blanc incolore que l'on fabrique en France et en Allemagne. Décomposé par l'acide chlorhydrique, ce savon fournit plusieurs acides gras, parmi lesquels on doit noter l'acide arachidique $C^{20}H^{40}O^2$, l'acide hypogaïque $C^{16}H^{30}O^2$ et de grandes quantités d'acide palmitique.

La présence de l'huile d'arachide dans l'huile d'olive est très difficile à constater. Presque toutes ses propriétés, en effet, se rapprochent beaucoup de celles de l'huile d'olive. Sa densité est la même; sa saveur particulière de haricots verts, qui pourrait permettre de la différencier, disparaît complètement dans les diverses manipulations auxquelles on la soumet. Enfin, sous l'influence des acides et des bases, l'huile d'arachide contracte les mêmes colorations que l'huile d'olive. Aussi a-t-on eu recours aux propriétés de l'acide arachidique et des arachidates pour la différencier de l'huile d'olive.

La réaction suivante, quoique critiquée par certains chimistes, nous a toujours donné des résultats satisfaisants, à la condition toutefois de suivre exactement les proportions indiquées.

L'on pèse exactement 5 gr. d'huile dans un tube à essai; on y ajoute 10 c. c. d'une solution au $^1/_6$ de potasse dans l'alcool à 93° (alcool 500 gr., potasse 100 gr.) Par l'agitation, l'huile se dissout. Le tube est alors bouché impar-

faitement et chauffé au bain-marie, à la température nécessaire pour obtenir une légère ébullition de la solution. Au bout d'un quart d'heure, la saponification est terminée. Le volume du liquide est amené avec de l'alcool à 50 c. c. et on laisse refroidir dans un endroit dont la température s'élève environ de 6° à 10°. L'huile d'arachide se reconnaît facilement à la solidification de son savon. 5 p. 100 de l'huile d'arachide sont caractérisés par le dépôt, sur les parois du vase, de grumeaux cristallisés; si l'huile d'arachide se trouve en proportion plus considérable, l'huile que l'on vient de vérifier se prend en masse, l'huile d'olive pure ne donne pas de grumeaux.

Pour éviter toutes critiques et pour plus de sûreté, il ne faut pas s'en tenir seulement à cette réaction, et, dans le cas où elle aurait indiqué la présence de l'huile d'arachide, on devra la contrôler par le procédé dû à M. Renard. Ce procédé a pour but d'isoler l'acide arachidique et de le caractériser au moyen de ses principales réactions, et il permet même de doser, d'une manière bien suffisante, la quantité d'arachide additionnée à l'huile d'olive, par suite du poids de l'acide arachidique isolé, en ayant soin de tenir compte de l'acide qui aurait pu être retenu par l'alcool employé.

Nous allons d'abord passer en revue les principales propriétés de l'acide arachidique sur lesquelles repose le procédé de M. Renard.

PROPRIÉTÉS DE L'ACIDE ARACHIDIQUE

L'acide arachidique, découvert par Goëssman, est solide; il fond à 73°5 et se solidifie à 72°; sa formule correspond à $C^{20}H^{40}O^2$. Insoluble dans l'eau, il est soluble dans l'alcool et l'éther. L'alcool absolu en dissout d'assez fortes proportions;

mais sa solubilité décroît rapidement à mesure que le degré d'alcool s'abaisse.

Beaucoup plus soluble à chaud qu'à froid, l'acide arachidique se cristallise facilement en paillettes nacrées par le refroidissement.

100 parties d'alcool à 90° centésimaux à +20° ne dissolvent que 0,45 d'acide arachidique.

A +15°, 100 parties d'alcool n'en dissolvent plus que 0,025. Enfin, il est complètement insoluble à la température ordinaire dans l'alcool à 70°.

La présence de faibles quantités d'acide oléique empêche complètement la cristallisation de l'acide arachidique. Au contraire, les acides margarique et palmitique n'entravent en rien sa cristallisation, qui s'opère alors comme dans une liqueur ne contenant que de l'alcool.

En se combinant avec les bases, l'acide arachidique forme des sels, par la substitution d'un atome de métal à un atome d'hydrogène. La formule générale de ces sels est donc: $C^{20}H^{39}O^{2}M$.

Si l'on verse dans une dissolution chaude d'acide arachidique dans l'alcool à 90° de l'acétate neutre de plomb, également dissous à chaud dans l'alcool, on obtient un précipité blanc d'arachate de plomb qu'on purifie facilement par des lavages à l'alcool froid qui dissout l'excès d'acétate de plomb employé.

L'arachate de plomb est incomplètement insoluble à froid dans l'alcool ou l'éther et un peu soluble à chaud.

Traité par de l'acide chlorhydrique étendu, il se décompose facilement à la température de l'ébullition. Il se forme du chlorure de plomb qui reste en dissolution dans la liqueur acide bouillante; tandis que l'acide arachidique, mis en liberté, vient nager à la surface du liquide sous la forme d'une couche huileuse qui se solidifie par le refroidissement.

Telles sont les propriétés de l'acide arachidique ; comme nous l'avons déjà dit, le procédé de M. Renard est entièrement basé sur ces propriétés. Il nous sera facile de parler maintenant de la recherche et du dosage de l'huile d'arachide.

RECHERCHE ET DOSAGE DE L'HUILE D'ARACHIDE

On introduit, dans une capsule en porcelaine de 250 à 300 c.c. de capacité environ, 20 à 30 c. c. d'une solution de soude caustique du commerce à 36° ; on y ajoute 150 à 200 c.c. d'eau et 0 gr. 5 de sel marin.

On agite et on fait bouillir. Lorsque le liquide est en ébullition, on y verse 10 gr. de l'huile à essayer, préalablement pesée dans une petite capsule en porcelaine ; on enlève les dernières traces d'huile que renferme cette capsule avec un peu de soude et par quelques lavages répétés à l'aide d'une pisette ordinaire renfermant de l'eau. On fait bouillir le mélange, en évitant autant que possible les projections et en remplaçant l'eau au fur et à mesure qu'elle s'évapore. La saponification s'effectue lentement et dure environ de 6 à 8 heures, lorsque l'huile à essayer renferme beaucoup d'huile d'olive, et seulement 4 ou 5 heures, si elle n'est formée en grande partie que d'huile d'arachide.

On reconnaît que l'opération est terminée lorsque l'on n'aperçoit plus de gouttelettes huileuses à la surface du liquide. On procède alors au grainage. Cette opération a pour but de réunir le savon formé en petits grains faciles à séparer du liquide avec lequel il est mélangé. A cet effet, sans arrêter l'ébullition de la liqueur, on y ajoute de nouveau environ 2 gr. de sel marin, et on la laisse se concentrer, tout en agitant fréquemment. L'on voit bientôt le savon se séparer sous forme de grains plus ou moins vo-

lumineux et la lessive de soude bouillir séparément dans le milieu de la capsule, en repoussant vers les bords le savon grainé. L'opération est alors terminée. On laisse refroidir le savon se sépare de la liqueur et devient une croûte plus ou moins dure, suivant la nature des huiles sur lesquelles on a opéré. On y verse alors 100 à 150 c. c. d'une solution de sel marin, renfermant environ 10 p. 100 de chlorure de sodium par litre. Cette addition de liquide ne doit être faite que lorsque le savon est complètement refroidi ; si l'on ne prenait pas cette précaution, le savon s'hydraterait et serait plus difficile à laver. On verse le tout sur un filtre en papier disposé sur un entonnoir, et on lave le savon qui y demeure pour le débarrasser de la glycérine et des impuretés qu'il renferme, à l'aide de la solution précédente de sel marin, dans laquelle il est complètement insoluble. Le lavage terminé, on laisse bien égoutter le filtre; on l'étend, encore humide, sur une plaque de verre ; puis, à l'aide d'un couteau de platine, on enlève tout le savon qui le recouvre et on le remet dans la capsule où s'est faite la saponification. A l'aide d'un courant d'eau que l'on fait également tomber dans la capsule, on débarrasse ensuite le filtre des dernières portions de savon qu'il peut encore retenir. L'enlèvement de ce savon sur le filtre doit se faire lorsque celui-ci est encore humide, sans quoi, il adhérerait au papier et il serait alors difficile de l'en séparer.

On fait chauffer la capsule renfermant le savon, en y ajoutant un peu d'eau, si la quantité apportée par le lavage, et qui doit s'élever à 200 c. c. environ, n'est pas suffisante. Le savon alors se dissout et, quand on ne voit plus de grumeaux, on y verse de l'acide chlorhydrique distillé et préalablement étendu de la moitié de son volume d'eau, jusqu'à ce que la liqueur devienne franchement acide au papier de tournesol. Les acides gras, mis ainsi en liberté, viennent nager à la

surface. On continue de chauffer et l'on porte même le liquide à l'ébullition, de manière à en opérer la fusion.

On est assuré que la décomposition est complète, lorsque les acides gras, de blancs et opaques qu'ils étaient au moment de l'addition de l'acide, sont devenus fluides et transparents. On verse alors le tout sur un entonnoir de 100 c. c. environ de capacité, à la douille duquel se trouve fixé un petit tube de caoutchouc muni d'une pince de Mohr.

On attend quelques instants ; puis, quand les acides gras fondus sont venus se réunir sous forme de couche huileuse, on ouvre la pince et on laisse écouler tout le liquide inférieur ; versant de nouveau le liquide restant dans la capsule, on arrive à réunir dans l'entonnoir la totalité des acides gras et il ne reste plus qu'à les laver, à deux ou trois reprises différentes, avec de l'eau chaude.

Le lavage terminé, on laisse écouler complètement le liquide inférieur de l'entonnoir jusqu'à ce que l'on voie arriver les premières gouttes d'acides gras. Ces dernières sont reçues à part, dans un flacon bouché à l'émeri et à large ouverture, de 100 c. c. de capacité. L'on y verse 50 c. c. d'alcool à 90°, dont on se sert en même temps pour enlever les dernières traces d'acides gras restées adhérentes à la capsule et à l'entonnoir.

L'on fait ensuite chauffer au bain-marie à 60° ou 70° les acides gras en solution dans l'alcool. Souvent la liqueur reste un peu trouble ; mais il suffit d'y ajouter une ou deux gouttes d'acide chlorhydrique pour obtenir aussitôt une solution parfaitement limpide.

On a donc ainsi en dissolution dans l'alcool tous les acides gras provenant de l'huile soumise à l'analyse, qui, dans le cas d'un mélange d'huile d'olive et d'huile d'arachide, seront formés d'acides oléique et margarique provenant de

l'huile d'olive et d'acides palmitique et arachidiqne provenant de l'huile d'arachide.

C'est ce dernier acide, l'acide arachidique, qu'il s'agit d'extraire en totalité, dans un état de pureté suffisante pour pouvoir, de son poids, déduire la proportion d'huile d'arachide correspondante.

A cet effet, on verse, dans la solution chaude du mélange d'acides gras dans l'alcool, une solution alcoolique d'acétate de plomb en léger excès. On prépare cette solution en dissolvant 50 gr. d'acétate de plomb du commerce dans 100 c.c. d'alcool à 90° et en filtrant le tout. Par le refroidissement, la liqueur se prend en masse et l'on doit la faire chauffer au bain-marie avant d'en faire usage.

On laisse refroidir complètement la liqueur en la plongeant dans de l'eau à + 20°; on s'assure, lorsqu'elle est éclaircie par le repos, qu'elle ne précipite plus, en y ajoutant quelques gouttes d'une solution froide d'acétate de plomb, puis, on décante l'alcool surnageant, dans lequel l'arachidate de plomb est complètement insoluble, sur un filtre disposé sur un entonnoir recouvert d'une plaque en verre rodé, percée à son centre d'une petite ouverture destinée à livrer passage à l'air.

Les sels de plomb, ainsi débarrassés de l'alcool qui ne leur a enlevé qu'une faible proportion de l'oléate de plomb qu'ils renfermaient, sont alors traités par l'éther destiné à enlever les dernières portions d'oléate de plomb. A cet effet, on introduit, dans le flacon qui les renferme, 50 c. c. d'éther ordinaire des pharmaciens à 66°; on rebouche immédiatement le flacon, afin d'éviter toute évaporation, puis on agite fortement. On reconnaît que tout l'oléate de plomb est dissout quand le résidu insoluble dans l'éther, de jaunâtre et agglutinant qu'il était, est devenu blanc et pul-

vérulent. On filtre l'éther sur le même filtre qui a déjà servi pour l'alcool, en ayant soin de le recouvrir aussitôt de la plaque de verre. Ce liquide passe souvent trouble au commencement dans l'éprouvette ou le récipient destiné à le recevoir; cela tient à l'évaporation de l'éther qui abandonne alors une partie de l'oléate de plomb qu'il tenait en dissolution; aussi, au bout de quelques instants, lorsque toute l'atmosphère du récipient est saturée de vapeur d'éther, le liquide passe parfaitement clair et redissout même le précipité formé par l'évaporation des premières portions d'éther filtré. Ce premier lavage terminé, on ajoute de nouveau dans le flacon, par deux fois, 25 c. c. d'éther, que l'on filtre de la même façon. Le volume total d'éther ainsi employé est de 100 c. c.

L'arachate de plomb, étant complètement insoluble dans l'éther, demeure sur le filtre, mélangé de margarate et de palmitate de plomb, dont une certaine quantité s'est dissoute dans les 100 c. c. d'éther employés.

On laisse sécher le filtre à l'air; puis, l'étendant avec précaution sur une feuille de papier collé, on enlève, à l'aide d'un couteau de platine, tous les sels de plomb qu'il renferme; on les introduit dans une capsule de porcelaine de 100 à 150 c. c. environ de capacité. On garde le filtre pour le traiter à part et en extraire les dernières portions d'acides gras combinés au plomb dont il est encore imprégné.

On introduit, dans la capsule renfermant les sels de plomb, 80 à 100 c. c. d'eau et 20 à 25 c. c. d'acide chlorhydrique pur.

On fait bouillir; l'acide chlorhydrique décompose les sels de plomb; il se forme du chlorure de plomb qui reste en dissolution dans la liqueur acide bouillante, tandis que les acides gras, mis en liberté, viennent nager à la surface sous une forme huileuse. La décomposition est complète quand on ne voit plus de particules blanches au milieu des acides

gras qui doivent alors se présenter sous forme d'une couche huileuse parfaitement homogène. On verse le liquide bouillant dans un petit entonnoir de 30 à 35 c. c. de capacité, dont la douille est munie d'un tube de caoutchouc fermé au moyen d'une pince de Mohr.

Ouvrant la pince, on soutire le liquide inférieur renfermant du chlorure de plomb en dissolution ; puis, après, on verse de nouveau dans l'entonnoir le liquide demeuré dans la capsule ; l'on retire le liquide inférieur et l'on répète cette même opération, en ayant soin toutefois d'attendre quelques instants après chaque addition du liquide, de manière à donner le temps à toutes les gouttelettes huileuses de venir se réunir en une couche bien homogène à la partie supérieure.

Pour extraire les acides gras renfermés dans les sels de plomb restés adhérents au filtre, on fait bouillir ce dernier dans la capsule avec de l'eau acidulée ; puis, lorsque la décomposition est opérée, on verse le tout dans un verre à expérience. Les acides gras viennent nager à la surface du liquide ; on les décante dans l'entonnoir et on les sépare ainsi du papier qui reste dans le verre.

Dans la crainte que les acides gras ne renferment encore, après ce premier traitement, quelques traces de plomb, il est prudent de les faire refondre une seconde fois dans de l'eau acidulée par l'acide chlorhydrique. A cet effet, après les avoir solidifiés brusquement dans l'entonnoir, on les sépare du liquide au-dessus duquel ils surnagent. On les lave finalement, à deux ou trois reprises différentes, avec de l'eau chaude, puis on les laisse refroidir lentement. L'on obtient ainsi une sorte de gâteau d'acides gras, assez dur quand il fait froid, ne devant plus contenir qu'un mélange d'acides margarique, palmitique et d'acide arachidique, si l'huile sur laquelle on opère contient de l'huile d'arachide. Si les

acides gras, après refroidissement, étaient mous, ils contiendraient, dans ce cas, de l'acide oléique qui aurait échappé au lavage de l'éther. On devrait alors n'apporter qu'une confiance limitée au résultat obtenu ; la présence de l'acide oléique, même en faible quantité, empêchant la cristallisation de l'acide arachidique.

Le poids des acides gras, ainsi obtenus, varie suivant l'huile sur laquelle on opère.

10 gr. d'huile d'olive en renferment environ de 0,7 à 0,9 ; tandis que le même poids d'huile d'arachide en fournit 1 gr. 5, lorsqu'on opère sur des huiles provenant d'arachides décortiquées, et 1 gr. 7, lorsqu'on opère sur des huiles obtenues des arachides pressées avec leurs coques.

Suivant les proportions du mélange des deux huiles d'olive et d'arachide, le poids des acides gras obtenus varie entre les deux extrêmes 0,7 et 1,7.

Pour doser l'acide arachidique contenu dans ces acides gras solides, on les fait dissoudre dans 50 c. c. d'alcool pur à 90° centésimaux. A cet effet, on les introduit dans un flacon bouché à l'émeri, à large ouverture et d'une capacité d'environ 80 à 100 c. c. ; puis, posant l'entonnoir sur le flacon, on enlève les dernières portions d'acides gras qui peuvent y rester encore adhérentes, en y versant l'alcool par petites quantités. On bouche le flacon imparfaitement, puis on le fait chauffer au bain-marie jusqu'à ce que la dissolution soit effectuée. On ajoute alors une goutte d'acide chlorhydrique pour faire disparaître un léger trouble qui subsiste souvent dans la liqueur ; on la laisse ensuite refroidir en la plongeant dans de l'eau à + 20° ou à + 15°. Si l'huile essayée était de l'huile d'olive pure, après le refroidissement de la liqueur, la solution reste parfaitement limpide ; si, au contraire, elle contenait de l'huile d'arachide, on voit bientôt se former d'abondants cristaux

d'acide arachidique dont on n'a plus qu'à déterminer le poids. On filtre la liqueur ; puis, après avoir bien égoutté l'acide arachidique resté sur le filtre, on le lave avec 10 ou 20 c. c. d'alcool à 90° exactement mesuré, de manière à enlever la presque totalité d'acides margarique et palmitique qu'il renferme ; on achève le lavage avec de l'alcool à 70°, dans lequel l'acide arachidique est complètement insoluble. On s'assure que le lavage est terminé, en évaporant à l'étuve, sur un verre de montre, 5 ou 6 gouttes du liquide filtré; on ne doit plus alors obtenir de résidu sensible. Le lavage terminé, on verse sur le filtre de l'alcool pur à 95° ou, ce qui vaut encore mieux, de l'alcool absolu bouillant qui dissout l'acide arachidique. On reçoit le liquide filtré dans une capsule tarée ; on lave le filtre à plusieurs reprises avec de l'alcool bouillant jusqu'à ce que le liquide filtré, évaporé dans un verre de montre, ne donne plus de résidu. On fait évaporer l'alcool de la capsule au bain-marie jusqu'à siccité et l'on dessèche ensuite le résidu à l'étuve à 100°. On pèse, on remet de nouveau à l'étuve et l'on repèse jusqu'à ce que deux pesées successives donnent le même poids. Pour obtenir le poids total de l'acide arachidique provenant des 10 gr. d'huile employés, il n'y a plus alors qu'à ajouter, au poids ainsi obtenu, la quantité de cet acide retenu en dissolution par les 50 c. c. d'alcool à 90° employés pour le séparer des acides margarique et palmitique, et les 10 ou 20 c. c. dont on a fait usage pour le lavage sur le filtre, quantité facile à déterminer d'après sa solubilité à diverses températures que nous avons données lorsque nous nous sommes occupés de ses propriétés.

Pour s'assurer maintenant que l'acide ainsi obtenu est bien de l'acide arachidique et que, par conséquent, l'huile essayée était mélangée d'huile d'arachide, il faut en prendre le point de fusion.

Le point de fusion de l'acide arachidique obtenu du mélange d'huiles d'olive et d'arachide varie de 70 à 72°, nombre un peu plus faible que celui de l'acide arachidique pur, car le corps sur lequel on opère n'est pas dans un état de pureté absolue. Mais, dans tous les cas, cette approximation est bien suffisante pour pouvoir affirmer que l'acide ainsi obtenu est bien de l'acide arachidique, les acides gras des autres huiles (sésame, colza, etc.) donnant des points de fusion inférieurs de 20 à 30°. Après s'être ainsi assuré que l'acide obtenu est de l'acide arachidique et son poids étant connu, il ne reste plus qu'à déterminer, par le calcul, la proportion d'huile d'arachide à laquelle elle correspond.

Pour cela, on a dû doser exactement la quantité d'acide arachidique contenue dans diverses huiles d'arachide.

Voici la moyenne des résultats de plusieurs analyses :

Huiles d'arachide provenant d'arachides décortiquées

Huile à manger de 1re pression faite à froid : acide arachidique 4,51 p. 100, soit $^1/_{22}$ du poids de l'huile.

Huile à fabrique de 2me et 3me pressions, faites à 45 ou 50° : acide arachidique 4,98 p. 100, soit $^1/_{20}$.

Huiles provenant d'arachides pressées avec leurs coques

Les trois pressions faites à 45 ou 50° ne donnent qu'une qualité d'huile destinée à l'éclairage ou à la fabrication des savons : acide arachidique 4,91 p. 100, soit $^1/_{20}$.

On voit donc, d'après ces résultats, que les huiles pressées à chaud renferment environ 0,4 à 0,5 p. 100 d'acide arachidique en plus que celles pressées à froid, qui sont les seules pouvant être mélangées avec les huiles d'olive à manger.

Au premier abord, cette différence peut paraître devoir causer des erreurs suivant qu'on multiplie la quantité d'acide arachidique trouvée dans un mélange par l'un ou l'autre de ces deux coefficients 20 ou 22. Mais comme l'on peut toujours savoir sur quelle sorte d'huile on a opéré, soit d'après son prix, soit seulement d'après son goût, et qu'on ne suppose pas que l'on puisse mélanger des huiles d'arachide de fabrique avec des huiles d'olive à manger ou des huiles d'arachide de première qualité avec des huiles d'olive à fabrique, on est donc prévenu d'avance quel est celui des deux coefficients 20 ou 22 dont on devra faire usage. Dans le cas cependant où on l'ignorerait, on n'aurait qu'à prendre la moyenne 21.

HUILE DE SÉSAME

L'huile de sésame est retirée du sésame jugeoline, fruit du sesamum orientale, plante herbacée, cultivée, de toute antiquité, dans les régions intertropicales de l'Asie et de l'Afrique ; elle s'est aussi propagée dans le nouveau continent. Les semences sont ovoïdes, pointues, un peu plus petites que celles du lin ordinaire. Elles contiennent environ de 48 à 53 p. 100 d'une huile qui peut être employée dans l'économie domestique aux mêmes usages que l'huile d'olive. On a proposé de la substituer à cette dernière dans les préparations officinales. Elle est, en effet, moins sujette à rancir et à se figer, mais elle donne aux emplâtres une consistance trop molle. Elle sert surtout à la fabrication des savons. L'huile est obtenue par des pressions faites sur les graines à froid ou à chaud.

L'huile de sésame de première pression ou de froissage est comestible, d'une couleur jaune doré, sans odeur et d'une saveur faible. Elle se congèle en une masse d'un blanc-jaunâtre à —5°. Sa densité est de 0,923 à 15°. Cette huile n'est pas siccative et rancit difficilement.

10 gr. d'huile de sésame étant mis en contact avec 10 gr. d'un mélange à parties égales d'acide sulfurique et d'acide azotique, il se développe aussitôt une coloration vert-pré foncée. Si l'on a affaire à des mélanges d'huile d'olive et d'huile de sésame, on obtient une coloration plus ou moins foncée suivant les proportions du mélange.

10 à 15 gouttes d'huile de sésame, traitées par une goutte d'acide sulfurique concentré, prennent une coloration rouge.

La réaction caractéristique de l'huile de sésame, réaction qui permet d'en déceler de très faibles quantités (moins de $\frac{1}{20}$) dans l'huile d'olive, est l'action qu'elle exerce sur l'acide chlorhydrique sucré. En effet, si l'on agite pendant quelques minutes, dans un tube à essai, à une température d'environ 20 à 25°, une certaine quantité d'huile de sésame (10 c. c. par exemple) avec la moitié de son volume d'acide chlorhydrique pur à 22° Baumé (D=1,1798), dans lequel, avant de s'en servir, on a fait dissoudre 2 p. 100 de sucre, et si on laisse ensuite reposer, l'acide se sépare peu à peu avec une coloration qui varie du rose au rouge vif, suivant la proportion du mélange. Le mélange prend, lui aussi, la même coloration lorsqu'elle renferme plus de 10 p. 100 d'huile de sésame.

En opérant ainsi directement sur l'huile, comme on le fait habituellement, les résultats sont incertains; car il arrive souvent que l'huile d'olive communique à l'acide une coloration qui, vue par réflexion, paraît rose, mais qui, vue par transparence, semble être d'un jaune plus ou moins brun. L'on a aussi constaté, pour l'huile d'olive, que la matière

colorante contenue dans la partie aqueuse qui s'écoule, en même temps que l'huile, de la pulpe du fruit soumise à l'action de la presse, donne aussi, par l'acide chlorhydrique sucré, la coloration rose ou rouge rappelant exactement celle que donne, par le même acide, l'huile de sésame. Par conséquent, les huiles nouvelles d'olive peuvent quelquefois, quoique parfaitement pures, donner la coloration rose.

En opérant sur les acides gras, qui possèdent la même propriété que l'huile dont ils proviennent, toutes ces causes d'erreurs sont complètement écartées et le procédé devient encore plus sensible, car l'on obtient la coloration rose, quelle que soit la proportion d'huile de sésame contenue dans l'huile d'olive.

Voici quelle est la marche à suivre :

Dans une capsule en porcelaine, d'une contenance de 1000 c. c. environ, on chauffe 15 c. c. de l'huile à examiner jusqu'à 110° centigrades environ ; puis, tout en continuant à chauffer, on verse lentement sur l'huile un mélange de 15 c. c. d'une solution de soude caustique dans l'eau distillée à 40° Baumé et de 15 c. c. d'alcool à 92°.

Dès que la masse en ébullition est devenue homogène, indice de la saponification complète, on ajoute goutte à goutte, de façon à ne point refroidir la pâte et à ne pas former de grumeaux, 500 c. c. environ d'eau distillée. Après une ébullition de quelques instants, on sépare les acides gras au moyen d'une solution au $^1/_{10}$ d'acide sulfurique pur.

Dès que la séparation est complètement achevée et que l'acide sulfurique est en léger excès, on recueille, à l'aide d'une cuiller d'argent, 5 c. c. d'acides gras que l'on a soin de débarrasser de toutes traces d'humidité, en les portant à une température de 110°. On les verse ensuite dans un tube à essai, sur un volume égal d'acide chlorhydrique sucré, et

l'on opère de la même façon que ce que nous avons indiqué pour l'huile. Par cette méthode, on obtiendra sûrement et immédiatement la coloration rose, et cela même pour une très minime quantité d'huile de sésame renfermée dans l'huile que l'on a essayée; tandis que, si les acides gras proviennent d'une huile d'olive pure, l'acide chlorhydrique sucré reste absolument incolore.

Nous n'insisterons pas sur les réactions de l'huile de sésame, car le procédé que nous venons d'indiquer joint à l'avantage d'une grande sensibilité celui d'une exactitude parfaite.

HUILE DE COTON

On extrait cette huile des graines du cotonnier bombax (*Gossypium usitatissimum*, Malvacées).

Les graines du cotonnier sont apportées dans des sacs; aussitôt arrivées, elles sont étendues sous des hangars bien aérés. Pour éviter toute fermentation, on les remue fréquemment et on doit de temps en temps s'assurer si la température ne s'élève pas trop.

La première opération que les graines subissent est la séparation d'avec les corps étrangers qui peuvent s'y trouver mélangés. On les porte ensuite dans les décortiqueurs qui les séparent des coques ; ces coques sont ensuite chassées au moyen d'une soufflerie. Ainsi nettoyées, les graines sont soumises au broyage ; la farine ensuite obtenue est portée dans des chauffoirs, puis pressée.

Il faut veiller, dans l'opération du pressage, à ce que la farine conserve le plus longtemps possible sa chaleur.

L'huile brute est colorée en brun ; elle a une densité à

15° égale à 0,930. L'huile bien épurée devient jaune-rougeâtre et a une densité de 0,9253 à 15° L'on est même parvenu à préparer de l'huile de coton dont la densité n'est plus à 15° que de 0,915, c'est-à-dire égale à la densité de l'huile d'olive.

L'huile bien épurée est inodore, sans saveur et un peu siccative.

L'acide sulfurique lui communique une teinte violette qui augmente encore par l'agitation du mélange.

Le bichromate de potasse et l'acide sulfurique donnent lieu à une réaction énergique et à une production d'acide sulfureux. Une belle coloration rouge sang se développe.

L'acide nitrique concentré donne une coloration vert olive qui tourne à l'orangé pâle.

Avec une solution de potasse caustique, l'huile de coton devient jaune faible et la solution alcaline se sépare en prenant une teinte plus foncée. Si on agite le mélange avec un agitateur, les couches supérieures mises plus en contact avec l'air extérieur prennent une teinte bleue passant au violet. Par l'ammoniaque, l'huile de coton donne une coloration jaune-verdâtre.

Cette huile est surtout utilisée pour l'éclairage et la fabrication des savons; elle est très souvent employée dans la falsification de l'huile d'olive.

Le procédé le plus simple pour déterminer la présence de l'huile de coton dans l'huile d'olive est basé sur la coloration brune qu'elle prend sous l'influence de l'acide azotique. Ce procédé, quoique offrant peu de sensibilité, nous a pourtant toujours réussi dans les différents essais auxquels nous nous sommes livrés. Il ne donne, il est vrai, des résultats satisfaisants qu'avec des mélanges supérieurs à 5; mais il est à remarquer que, dans le commerce, la propor-

tion d'huile de coton ajoutée à l'huile d'olive pour la falsifier est toujours au moins égale à 20 p. 100.

On agite fortement dans un tube à essai, pendant une demi-minute environ, 5 c. c. d'huile à essayer avec 10 c. c. d'acide nitrique de densité 1,40, exempt de produits nitreux. On laisse reposer 5 à 6 minutes; l'huile d'olive pure surnage colorée en gris clair, avec un léger reflet jaunâtre; l'huile de coton pure prend une coloration d'un brun-noirâtre; les mélanges varient du jaune d'or au brun, suivant la proportion de la fraude.

Pour mieux rendre compte de la sensibilité de ce procédé, nous allons donner le résultat de quelques-uns de nos essais :

Proportion du mélange	Coloration après 5 minutes	Coloration après 1 heure
33 p. 100	Brun	Noir
16 p. 100	Coloration encore sensible	Brun-noirâtre
10 p. 100	Presque plus de coloration	Brun
Huile d'olive pure	Jaune-gris	Jaune très peu foncé

Nous citerons aussi la réaction de l'acétate de plomb que beaucoup de chimistes considèrent comme caractéristique pour l'huile de coton et qui pourtant est loin de posséder, selon nous, l'efficacité que l'on veut bien lui attribuer.

Dans cette réaction, l'on mélange des parties égales, ou à peu près, d'huile à essayer et d'une solution saturée d'acétate neutre de plomb; on y ajoute de l'ammoniaque et on agite fortement, l'acétate se décompose et l'oxyde naissant agit sur l'huile; on voit peu à peu se produire une couleur rouge, puis, après repos, la superficie devient rouge-orangé et liquide ; la partie inférieure est plus ou moins colorée et grumeleuse avec l'huile de coton et ses mélanges; tandis que si l'on opère sur de l'huile d'olive pure, après l'addition de l'ammoniaque, tout le mélange est blanc de lait, lisse et ne se colore pas à la longue. Il en est de même avec les huiles

d'amandes douces (ricin, colza, œillette, foie de morue), avec très peu de différence dans l'aspect du mélange. On reconnaît ainsi dans ces huiles un mélange de $^1/_5$ d'huile de coton S'il y a mélange, la couleur rouge apparaît à la superficie du mélange en plus ou moins de temps. La réaction peut se faire, dans une capsule ou sur un corps blanc, avec une ou deux gouttes d'huile; mais il vaut mieux agir dans un verre à expérience.

Pour faciliter la réaction, certains auteurs ont conseillé d'ajouter à l'huile une certaine quantité d'éther; mais nous n'avons jamais remarqué que cette addition soit de nature à perfectionner sensiblement le procédé.

Dans des essais que nous avons faits, nous avons observé qu'un mélange à $^1/_3$ d'huile de coton donne une coloration jaune-rougeâtre très sensible déjà au bout de 10 à 15 minutes; qu'un mélange à $^1/_6$ commence à se colorer au bout de 20 minutes et qu'un mélange à $^1/_{10}$ ne prend une légère coloration qu'après une heure et demie. L'huile d'olive pure enfin donne un mélange entièrement blanc. Au bout de deux heures, les mélanges renfermant $^1/_3$ et $^1/_6$ d'huile de coton sont très colorés, le mélange à $^1/_3$ présente à peu près l'aspect d'un jaune d'œuf.

Après quatre heures, les colorations se sont maintenues les mêmes qu'après les deux heures. L'huile pure est entièrement blanche et l'huile à $^1/_{10}$ à peine colorée en jaune; la coloration se montre surtout à la superficie.

Dans tous les essais précédents, le réactif nous a toujours indiqué la présence de l'huile de coton dans les mélanges toutes les fois que nous l'avons ajoutée nous-même et volontairement à de l'huile d'olive. Il n'en fut pas de même pour une huile désacidifiée, dont le laboratoire de la Marine fut chargé de faire l'analyse. Les réactions générales nous indiquaient formellement dans cette huile la présence d'une

huile de graines; nous pûmes obtenir toutes les réactions de l'huile de coton, sauf celle donnée par l'acétate de plomb. Etonné de ce résultat, nous voulûmes pousser plus loin nos recherches et, dans nos expériences, nous avons pu constater que l'huile de coton, telle qu'elle est usitée dans le commerce pour la falsification de l'huile d'olive, c'est-à-dire suffisamment destéarinée et épurée, ne donne, bien souvent, aucune coloration avec l'acétate de plomb.

C'est ainsi qu'un mélange, composé de 85 parties d'huile d'olive de Provence pure et 15 parties d'huile de coton, nous a donné absolument la même réaction que l'huile d'olive pure.

Il en a été de même pour un mélange que nous avons composé de 70 parties d'huile d'olive, 10 parties d'huile de coton, 10 parties d'huile de sésame et 10 d'huile d'arachide.

Ce procédé est donc utile pour constater la présence de l'huile de coton; mais, s'il donne un résultat négatif, on ne doit pas s'en contenter; car l'on ne peut affirmer, dans ce cas, que l'on a sûrement affaire à de l'huile d'olive pure.

Nous indiquerons enfin l'action de l'azotate d'argent sur l'huile de coton ou sur ses acides gras; c'est le procédé le plus sensible et le plus exact pour reconnaître la présence de l'huile de coton.

La méthode d'essai de M. Becchi consiste à ajouter à 10 c. c. d'huile, suspecte contenus dans un tube à essai, 1 c. c. d'une solution alcoolique de nitrate d'argent (1 gr. de nitrate d'argent, 100 c. c. d'alcool à 96°, 100 c. c. d'éther sulfurique) et 8 à 10 c. c. d'une solution formée par 89 parties d'alcool amylique et 15 parties d'huile de colza pure, et à maintenir le tube dans un bain d'eau bouillante pendant un quart d'heure. Tout échantillon d'huile, qui, traité dans ces conditions, donne une coloration brune, renferme de l'huile de coton.

Mais ce procédé exige des réactifs assez compliqués; nous lui préférons aussi celui de M. Millau, qui agit directement sur les acides gras.

Après avoir isolé les acides gras par le même procédé que celui que nous avons indiqué pour l'huile de sésame, on recueille, à l'aide d'une cuiller d'argent, 5 c. c. d'acides gras hydratés que l'on verse directement dans un tube à essai: on ajoute alors 20 c. c. d'alcool bon goût à 92° et on chauffe légèrement au bain-marie pour dissoudre les acides gras.

La dissolution effectuée, il suffit de verser 2 c. c. d'une liqueur d'azotate d'argent pur (30 gr. pour 100 c. c. d'eau distillée), de placer le tube dans le bain-marie et de chauffer jusqu'au moment où le tiers de la masse environ s'est évaporé.

On retire le tube du bain-marie et l'opération est terminée.

Quelle que soit la provenance de l'huile d'olive, les acides gras restent inaltérés si l'huile est pure; si elle contient, au contraire, de l'huile de coton, on observe, quelle que soit la proportion, une réduction, et l'argent à l'état métallique, mis en liberté, colore en noir les acides gras du mélange qui montent à la surface à l'état pâteux.

Cette réaction chimique, analogue à celle des aldéhydes et d'une sensibilité très grande, permet donc de reconnaître, d'une façon exacte, un mélange d'huile d'olive et d'huile de coton, même dans la proportion de 1 p. 100.

Elle écarte également toute cause d'erreur, puisqu'elle s'opère non pas sur l'huile elle-même, qui contient toujours des matières étrangères pouvant participer à la réduction, mais bien sur les acides gras exempts de toute impureté.

HUILE D'ŒILLETTE

L'huile d'œillette, jadis très employée dans la falsification de l'huile d'olive, est maintenant remplacée par l'huile de coton.

Cette huile, nommée encore huile blanche, est la partie grasse et fluide que renferme l'œillette, autrement dit la semence du *Papaver somniferum* (Papavéracées).

Elle est blanche ou rousse, suivant la nature des graines, ou suivant qu'elle est de première ou de seconde expression.

L'huile blanche est peu colorée, de saveur et d'odeur douces et agréables. Elle est siccative; sa densité à + 15° est de 0,9249. Elle se congèle à — 18° et est soluble dans 26 parties d'alcool froid et 6 parties d'alcool bouillant.

L'huile blanche sert dans l'alimentation, dans la peinture, et elle est employée dans la falsification de l'huile d'olive.

Différents procédés existent pour constater sa présence dans l'huile d'olive.

Nous citerons d'abord un moyen empirique basé sur la différence de viscosité des huiles d'olive et d'œillette. On fait naître, par une agitation brusque, des bulles d'air dans l'huile que l'on veut éprouver; lorsqu'on a en présence de l'huile d'olive pure, ces bulles ne sont pas persistantes; mais, s'il existe de l'huile d'œillette, les bulles se maintiennent pendant un certain temps et forment le chapelet.

La congélation, à l'aide d'un mélange réfrigérant, offre également un moyen d'essai. L'huile d'olive, en effet, se congèle à + 6° ou à + 8°; l'huile d'œillette, à — 18°, en une masse blanchâtre opaque. La présence de l'huile d'œillette dans l'huile d'olive rend aussi le mélange plus visqueux.

Mais ces procédés ne donnent pas toujours des résultats aussi tranchés lorsque la proportion de l'huile d'œillette ajoutée est faible ; ils ne peuvent donc servir qu'à confirmer les indications fournies par d'autres procédés. Il est donc nécessaire d'avoir recours à des moyens d'investigation plus précis.

Elaïomètre de Gobley.— Gobley a imaginé, dans ce but, un petit instrument auquel il a donné le nom d'élaïomètre. C'est un aréomètre à boule assez volumineuse, surmonté d'une tige très fine, dont la construction est fondée sur la différence de densité qui existe entre l'huile d'olive et l'huile d'œillette.

La pratique de cet instrument est du reste analogue à celle des autres aréomètres et présente les mêmes inconvénients. De plus, cet instrument n'a été gradué que par rapport à un mélange d'huile d'olive et d'huile d'œillette, de sorte que la présence d'une autre huile de graines modifie toutes les indications.

La présence d'une assez faible quantité d'huile d'œillette suffit pour modifier, d'une façon très sensible, la consistance du réactif Poutet.

Enfin, soumise à l'action de l'acide azotique, l'huile d'œillette prend une coloration rosée.

HUILE DE NOIX

Cette huile, retirée du noyer royal (Juglans regia), est très usitée dans l'alimentation, mais n'est jamais utilisée pour la falsification de l'huile d'olive.

Elle est verdâtre, possède une odeur faible, a une densité de 0,9287 à 15° et est siccative.

La présence de l'huile de noix serait facile à constater dans l'huile d'olive par son point de solidification ; en effet, cette huile s'épaissit à — 15° et ne se solidifie qu'à — 27°.

HUILES DE CRUCIFÈRES

Mailho a proposé, en 1859, le procédé suivant pour déceler la présence des huiles de crucifères (colza, navette, cameline, moutarde, etc.) dans toute autre espèce d'huile.

On fait bouillir dans une capsule de porcelaine ou mieux d'argent 25 à 30 gr. de l'huile à essayer, avec une solution de 2 gr. de potasse à l'alcool dans 20 gr. d'eau distillée. Après quelques minutes d'ébullition, on jette sur un filtre, préalablement mouillé, et l'eau alcaline qui s'en écoule, mise en contact avec un papier imprégné d'acétate de plomb ou d'azotate d'argent, dénote par sa coloration la présence du soufre. Si on s'est servi d'une capsule en argent, la coloration en noir est immédiate et très appréciable.

D'après Schneider, pour reconnaître la présence de l'huile de colza ou d'une autre crucifère dans d'autres huiles grasses, il faut additionner l'huile à examiner de deux fois son volume d'éther, puis d'une trentaine de gouttes d'azotate d'argent en solution alcoolique concentrée. On agite fortement et on laisse ensuite à l'ombre. S'il y a une grande quantité d'huile de colza, la couche inférieure du liquide se colore en brun, puis en noir ; si la quantité est peu considérable, la coloration n'apparaît qu'au bout d'une douzaine d'heures, surtout après l'évaporation de l'éther. Rien

de semblable ne se produit avec les huiles d'olive, d'œillette, d'amandes douces et de sésame.

HUILES ANIMALES

La présence des huiles animales, sauf celle de pied de bœuf, dans l'huile d'olive est décelée par la coloration noire qu'elles prennent sous l'influence du chlore, alors que les huiles végétales sont au contraire légèrement décolorées.

Nous ne nous appesantirons pas davantage sur les huiles animales, le procédé ci-dessus suffit à les faire découvrir, et, de plus, elles ne sont actuellement que fort peu employées dans la falsification de l'huile d'olive.

FIN.

Vu et permis d'imprimer :
Montpellier, le 10 janvier 1890.
Le Recteur de l'Académie,
correspondant de l'Institut,
G. CHANCEL.

Vu :
Montpellier, le 9 janvier 1890.
Le Directeur,
J.-E. DIACON.

INDEX BIBLIOGRAPHIQUE

Archives de médecine navale.

Journal de Pharmacie et de Chimie.

RENARD. — L'huile d'arachide.

CHEVALIER et BAUDRIMONT. — Dictionnaire des altérations et falsifications des matières alimentaires.

Comptes-rendus de l'Académie des sciences.

LISTE DES PRÉPARATIONS

Margarine.

Stéarine.

Oléine.

Chaux sodée.

Sulfate de zinc pur.

Oxalate de soude.

Extrait de saturne.

Acide chlorhydrique pur.

Ether sulfurique pur.